

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION  
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété  
Intellectuelle  
Bureau international



(43) Date de la publication internationale  
8 novembre 2001 (08.11.2001)

PCT

(10) Numéro de publication internationale  
WO 01/83210 A1

(51) Classification internationale des brevets<sup>7</sup> :  
B32B 27/20, 5/18

(74) Mandataire : IXAS CONSEIL; Gaucherand, Michel, 15  
rue Emile Zola, F-69002 LYON (FR).

(21) Numéro de la demande internationale :  
PCT/FR01/01351

(81) États désignés (*national*) : AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ,  
BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CR, CU, CZ, DE,  
DK, DM, DZ, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU,  
ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS,  
LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO,  
NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR,  
TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW.

(22) Date de dépôt international : 3 mai 2001 (03.05.2001)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(84) États désignés (*régional*) : brevet ARIPO (GH, GM, KE,  
LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), brevet eurasien  
(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen  
(AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU,  
MC, NL, PT, SE, TR), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI,  
CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

(30) Données relatives à la priorité :  
00/05641 3 mai 2000 (03.05.2000) FR

(71) Déposant (*pour tous les États désignés sauf US*) :  
TRIOPLANEX FRANCE S.A. [FR/FR]; 80 rue de la  
République, F-80610 Saint Ouen (FR).

Publiée :

— avec rapport de recherche internationale

(72) Inventeur; et

(75) Inventeur/Déposant (*pour US seulement*) :  
GUSTAFSON, Bo [SE/SE]; Rudeboksvägen 130,  
S-22655 Lund (SE).

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abrévia-  
tions, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et  
abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de  
la Gazette du PCT.

(54) Title: MULTILAYER BREATHABLE MICROPOROUS FILM WITH REINFORCED IMPERMEABILITY TO LIQUIDS  
AND PRODUCTION METHOD

(54) Titre : FILM MULTICOUCHE MICROPOREUX RESPIRABLE A IMPERMEABILITE RENFORCEE AUX LIQUIDES ET  
PROCEDE DE PRODUCTION

(57) Abstract: The invention concerns a method for making a polyolefin film, having both water-vapour permeable properties and reinforced impermeability to liquids, said method comprising steps which consist in: coextruding from a die mixtures or polyolefin polymers and/or copolymers one of which at least contains mineral fillers, forming a precursor film; drawing the precursor film to form a breathable multilayer film. The invention is characterised in that said precursor film is a basic multilayer film comprising at least two adjacent layers having the same composition, having at least the structure B - B, optionally associated with at least a layer of different composition of at least two adjacent B - B layers, having a specific characteristic.

(57) Abrégé : L'invention concerne un procédé de fabrication d'un film polyoléfinique, ayant simultanément les propriétés d'être perméable à la vapeur d'eau, et d'avoir une imperméabilité renforcée aux liquides, ce procédé comprenant les étapes de: coextrusion à partir d'une filière de mélanges de polymères et/ou copolymères polyoléfiniques dont l'un au moins contient des charges minérales, formant un film précurseur; l'étirage du film précurseur pour former un film multicouche respirable, qui se caractérise en ce que ledit film précurseur est un film multicouche de base comportant au moins deux couches contiguës de même composition, ayant au moins la structure "B"- "B", éventuellement associé à au moins une couche de composition différente des deux couches contiguës "B"- "B", ayant une caractéristique spécifique.

WO 01/83210 A1

Film multicouche microporeux respirable à imperméabilité  
renforcée aux liquides et procédé de production

5 Domaine de l'invention

L'invention concerne un procédé de production d'un film microporeux, perméable aux gaz et plus particulièrement à la vapeur d'eau, et ayant une imperméabilité renforcée aux  
10 liquides.

L'invention concerne plus particulièrement, un procédé de production d'un film microporeux, perméable aux gaz et plus particulièrement à la vapeur d'eau, et  
15 d'imperméabilité renforcée aux liquides, c'est-à-dire sans qu'il y ait perte de sa propriété d'imperméabilité aux liquides, par coextrusion de compositions thermoplastiques constituées de mélanges de polymères et/ou de copolymères oléfiniques et de charges particulières, ledit film  
20 comportant au moins deux couches contiguës de même composition, utilisé en tant que tel, ou associé par exemple par coextrusion à au moins une troisième couche de composition différente, ladite couche ayant une composition spécifique.

25 L'invention concerne également un film respirable, perméable aux gaz et plus particulièrement à la vapeur d'eau, et à imperméabilité renforcée aux liquides, ainsi que les produits laminés associant ledit film à au moins  
30 un tissu non tissé et les articles d'hygiène jetables, tels que couches pour enfants, pour adultes incontinents ou articles d'hygiène féminine, de même que les vêtements jetables, mettant en œuvre le film microporeux et/ou le produit laminé, ainsi que pour des applications relatives  
35 au bâtiment.

Etat de l'art

Les films homogènes continus réalisés au moyen de polymères sont naturellement étanches aux liquides et à la  
5 vapeur d'eau : ils constituent une véritable barrière à ces matières.

Quand ces films barrières sont mis en œuvre comme composants d'articles sanitaires jetables, tels que les  
10 couches pour enfants ou pour adultes incontinents, ou encore dans les articles d'hygiène féminine, ils peuvent provoquer des irritations de la peau, l'humidité ne pouvant pas s'échapper de l'article lors de son utilisation. C'est pourquoi, un effort de recherche  
15 approfondi pour plus de confort s'est particulièrement développé dans le domaine des films destinés à l'architecture des couches pour enfants, pour adultes incontinents et des articles d'hygiène féminine, portant sur la respirabilité du film, sur son toucher textile,  
20 plus particulièrement quand il s'agit du film arrière.

Plusieurs procédés ont été développés pour produire des films polymères imperméables aux liquides mais perméables à la vapeur d'eau (perméabilité aux gaz) avec une vitesse  
25 de transmission élevée de la vapeur d'eau.

Ces procédés, pour la plupart, ont abouti à la production de films respirables (parce que perméables aux gaz), mettant en œuvre l'un ou l'autre des moyens permettant la  
30 création physique d'une microporosité dans lesdits films, ou utilisant des polymères spécifiques, tels que des polymères hydrophiles, parfois perméables à la vapeur d'eau, dont les structures de chaîne facilitent tout à la fois l'absorption de la vapeur d'eau et le transfert des  
35 gaz.

Quant à la microporosité des films produits selon les procédés connus, elle peut être réalisée par de nombreuses

méthodes, incluant par exemple la microperforation mécanique.

Toutefois, la méthode la plus fréquemment mise en œuvre  
5 pour la fabrication de films microporeux, consiste,

- dans une première étape, à extruder (ou extruder souffler) un mélange de polymères et de charges minérales sous la forme d'un film précurseur, puis  
10
- dans une deuxième étape (ou en ligne), à soumettre ce film précurseur, à une opération d'étirage dans le sens longitudinal et/ou dans le sens transversal, à une température plus basse que celle du point de fusion du  
15 mélange de polymères, conduisant à la création d'une multiplicité de pores ou de micro-trous.

De tels pores (ou micro-trous) ont des diamètres suffisamment petits pour empêcher le passage des liquides,  
20 mais permettre le transfert de gaz (vapeur d'eau) à des vitesses de transmission allant de la plus modérée, jusqu'à très élevée.

Les caractéristiques affichées par de tels films basés sur  
25 les polyoléfinés indiquent que procédés et matières premières jouent un rôle critique dans la détermination de leurs propriétés finales : les micrographies par microscope électronique permettent d'illustrer par exemple les différences dans la forme et la dimension des pores  
30 des films étirés uniaxialement ou biaxialement, ou encore dans l'apparition de micro-déchirures, et de souligner l'origine et la nature de l'apparition de déchirures.

La méthode analytique consistant à déterminer la vitesse  
35 de transmission de la vapeur d'eau est un moyen pour mesurer la respirabilité du film, c'est-à-dire la masse ou le volume de gaz transféré à travers l'épaisseur du film,

pour une unité de surface et par unité de temps, dans des conditions environnementales bien définies.

Mais, les films respirables et imperméables aux liquides, peuvent avoir une structure monocouche ou plus récemment multicouche.

Les films monocouches microporeux sont bien connus dans le domaine des produits d'hygiène tels que les couches pour enfants, adultes incontinents ou les articles d'hygiène féminine. Ils sont utilisés dans les structures de produits jetables, en association avec d'autres composants, particulièrement en tant que film arrière.

Ces films monocouches peuvent être fabriqués par extrusion, ou extrusion soufflée, d'un polymère chargé afin de produire un film précurseur, suivi d'une opération d'étirage de ce film précurseur selon une ou deux directions (biaxialement), puis d'une étape de stabilisation thermique, créant ainsi les micro-trous qui provoquent la respirabilité du film. De tels films peuvent également être gaufrés avant ou après l'étape d'étirage. Lesdits films sont utilisés en tant que tels, dans les produits d'hygiène mais peuvent être également associés à un non tissé pour la même application.

Des exemples de tels films monocouches microporeux ont été décrits dans plusieurs documents.

Le brevet US 4,829,096 décrit un film microporeux respirable et imperméable aux liquides, ainsi que son procédé de fabrication.

Ce procédé consiste en la préparation d'un mélange comprenant du polyéthylène linéaire à basse densité et une charge minérale, et éventuellement d'un agent tensioactif, puis la formation d'un film précurseur par des moyens

connus, particulièrement l'extrusion monocouche, et enfin l'étirage du film précurseur (étirage mono- ou biaxial) afin de donner au film son caractère microporeux.

- 5 Les films ainsi conçus trouvent leurs applications dans différents domaines, tels que les articles de loisirs, les vêtements de sport, l'habillement, les produits d'hygiène féminine, les couches jetables pour bébé, les produits sanitaires jetables pour adultes incontinents...

10

- Le brevet EP 0232060 décrit aussi un processus de fabrication d'un film microporeux, perméable à la vapeur d'eau, mais imperméable aux liquides, selon différentes étapes, comprenant la préparation d'un mélange comportant  
15 des polymères oléfiniques, (homo- et copolymères), et une charge minérale, l'extrusion du mélange afin de réaliser un film précurseur, le gaufrage dudit film précurseur, puis son étirage selon au moins une direction monoaxiale. De tels films possèdent une porosité due à la création de  
20 micropores provoqués lors de l'étirage du film, et résultant de la quantité et de la taille de la charge minérale, du taux d'étirage et d'autres facteurs maîtrisés ou non. Dans un autre mode de réalisation, l'étape de gaufrage peut être effectuée de nouveau après l'étirage.  
25 Le gaufrage est censé donner une plus grande porosité au film et lui apporter également un toucher plus doux.

- Le brevet WO9805501 décrit un film ayant une porosité (perméabilité) à la vapeur d'eau élevée, mais également  
30 doté d'autres propriétés inconnues de l'art tels que l'épaisseur extrêmement faible du film, permettant la légèreté du film, aussi bien qu'un toucher plus doux pour ledit film. Ces performances sont rendues possibles par l'utilisation des polymères de polyéthylène d'origine  
35 métallocène. Ledit film est produit par l'extrusion d'un mélange formé de ces polyéthylènes métallocènes et de

charges minérales, délivrant, comme précédemment décrit, un film précurseur soumis à une opération d'étirage selon au moins une direction.

- 5 Les films multicouches microporeux sont également connus et peuvent être utilisés dans divers domaines d'application.

10 Les films multicouches peuvent être produits par une extrusion préalable de chaque couche, suivie de leur assemblage par laminage, ou encore par coextrusion de différentes compositions polymères pour former les diverses couches coextrudées, dont l'une au moins comporte une charge minérale, en créant un film précurseur  
15 multicouche.

Ce film précurseur est alors soumis à une opération d'étirage selon au moins une direction, classiquement dans le sens machine, pour rendre microporeuse la couche  
20 contenant la charge minérale.

Des exemples de tels films multicouches microporeux ont également été décrits dans plusieurs documents.

- 25 La demande de brevet WO 98/58799 décrit un film multicouche respirable obtenu par coextrusion suivie d'une action d'étirage, qui se compose de au moins trois couches, ces au moins trois couches étant :

- 30 - une couche centrale en polyoléfine chargée, rendue microporeuse lors de l'étirage,
- deux couches externes, de part et d'autre de la couche centrale, composées de polymères et/ou copolymères polaires, c'est-à-dire hydrophiles, naturellement  
35 perméables à la vapeur d'eau, l'épaisseur des couches

externes étant faible, d'au plus 2  $\mu\text{m}$ , alors que l'étanchéité des films aux liquides est assurée, pour l'essentiel, par la couche centrale en polyoléfine chargée.

5

La demande de brevet WO 99/29499 décrit également un film multicouche respirable, obtenu par coextrusion suivie d'une action d'étirage, qui se compose d'au moins deux couches, qui sont :

10

- une couche formée d'un polymère ou copolymère hydrophile non chargé, choisi dans le groupe des polyamides, polyesters, polyuréthanes, ayant capacité à transmettre la vapeur d'eau, cette couche devenant  
15 centrale dans une configuration à trois couches ;
- au moins une autre couche, dite de peau ou externe, formée d'une polyoléfine chargée rendue microporeuse lors de l'action d'étirage, l'étanchéité du film aux  
20 liquides étant assurée par la couche formée de polymères et/ou copolymères hydrophiles non chargés.

La demande de brevet WO 97/04955 décrit aussi un film multicouche respirable obtenu par coextrusion de cinq  
25 couches ayant la structure "C"- "A"- "B"- "A"- "C", suivie d'une action d'étirage, ces diverses couches étant :

- la couche centrale "B" formée préférentiellement d'une polyoléfine chargée, rendue microporeuse lors de  
30 l'action d'étirage,
- les deux couches "C" externes, formées de polymères ou copolymères hydrophiles, ayant capacité naturelle à transmettre la vapeur d'eau,

35



- les deux couches "A" intermédiaires, qui sont des couches de liaison entre les couches "B" et "C", ces couches "A" étant formées d'une composition polymère compatible avec celles des autres couches.

5

Cependant, tous ces procédés monocouche ou multicouche ont en commun une caractéristique gênante, qui apparaît de plus en plus dans les films microporeux, conçus actuellement pour être de plus en plus minces. Cette  
10 spécificité consiste en l'apparition de la perte de la propriété "d'imperméabilité aux liquides".

Des micro-déchirures dudit film microporeux peuvent en effet apparaître lors d'un étirage important. De tels  
15 accidents, même limités à des zones spécifiques du film respirable, sont gênants, car le film respirable ne possède plus sa propriété de barrière absolue aux liquides. Les accidents de micro-déchirures se produisent aussi bien sur des films monocouches que sur des films  
20 multicouches, car, dans ce dernier cas, ces accidents se produisent dans la couche centrale qui est généralement la couche chargée rendue microporeuse par étirage et se propagent dans l'épaisseur du film, les couches externes, trop fines, n'ayant pas la résistance mécanique suffisante  
25 pour s'opposer à la pression hydrostatique résultant de la micro-déchirure de la couche centrale.

Bien qu'il existe des procédures de contrôle de la qualité qui peuvent être mises en place et qui peuvent détecter  
30 ces micro-déchirures, ces procédures sont coûteuses et non pertinentes à 100%.

De telles micro-déchirures peuvent être provoquées par une charge particulière de taille trop importante ou par des  
35 agglomérats de particules, ou bien par la présence d'un "gel" formé de particules de polymère réticulé, créé

durant la fabrication du film ou déjà présent dans le polymère avant sa mise en oeuvre. Les "gels" peuvent avoir également d'autres origines comme, par exemple, des contaminations croisées entre des polymères d'indices de fluidité différents.

La formation de "gels" est un phénomène connu qui est :

- propre aux producteurs de polymère,
- ou qui se produit dans l'extrudeuse lors de l'extrusion. Ce phénomène n'est pas entièrement maîtrisé à ce jour, même par les hommes de métier les plus avertis.

Les micro-déchirures peuvent également être provoquées par des bulles gazeuses plus ou moins grandes, présentes dans le film précurseur, en raison d'émissions gazeuses (même minimes) qui se produisent pendant l'extrusion, ou d'air initialement présent, piégé dans la matière extrudée.

L'apparition de bulles gazeuses pendant le procédé d'extrusion est souvent due :

- à une température trop élevée qui altère plus ou moins la matière polymère avec émission de matières volatiles,
  - ou encore à la vaporisation de liquides présents en quantité minime dans la matière polymère fondue,
  - ou enfin, résulte de l'air inclus initialement dans la matière polymère et libéré au cours de l'extrusion.
- Lors de l'opération d'étirage du film, ces bulles gazeuses deviendront des volumes gazeux de forme sensiblement

ellipsoïdale et provoqueront au mieux un amincissement du film et au pire une déchirure totale du film.

Plus précisément, selon la charge particulaire utilisée,  
5 la dimension des particules de cette charge, la dispersion  
de ces particules dans la matière polymère, il existe un  
risque de voir le film étiré être non seulement  
microporeux à la vapeur d'eau mais devenir perméable aux  
liquides, en raison de la création de pores de diamètre  
10 trop important et de micro-déchirures.

#### Objectifs de l'invention

Dès lors, l'invention poursuit un certain nombre  
15 d'objectifs, pour éliminer les inconvénients précités.

Tout au long de la description de l'objet de l'invention,  
la perméabilité du film aux gaz en général s'exprimera par  
la perméabilité dudit film à la vapeur d'eau.

20 Un premier objet de l'invention est de créer une méthode  
de fabrication d'un film à imperméabilité renforcée, voire  
totale, aux liquides et perméable à la vapeur d'eau, qui  
opère à des vitesses de production élevées et qui utilise  
25 des polyoléfinés comme matières constitutives des diverses  
couches.

Un autre objet de l'invention est de créer ladite méthode  
de fabrication d'un film à imperméabilité renforcée aux  
30 liquides mais perméable à la vapeur d'eau, réduisant la  
quantité de défauts du film, sources de perte de  
l'imperméabilité.

Un autre objet de l'invention est de créer ladite méthode  
35 de fabrication d'un film, à imperméabilité renforcée aux  
liquides mais perméable à la vapeur d'eau, utilisé en tant  
que tel, ou associé à une architecture multicouche par un  
procédé de coextrusion ou autre.

- Un autre objet de l'invention est de créer ladite méthode de fabrication d'un film, à imperméabilité aux liquides, mais perméable à la vapeur d'eau, grâce à des surfaces  
5 spécifiques, afin d'incorporer des moyens d'adhésion pour l'assemblage ultérieur dudit film multicouche imperméable aux liquides et perméable à la vapeur d'eau avec d'autres structures, telles que du tissu non tissé par exemple.
- 10 Un autre objet de l'invention est d'optimiser la vitesse de transmission de la vapeur d'eau pour la structure finale, tout en renforçant l'imperméabilité du film aux liquides.
- 15 Un autre objet de l'invention est de créer ladite méthode de fabrication d'un film perméable à la vapeur d'eau d'épaisseur réduite, d'après les exigences du marché, et sans perte de sa propriété d'imperméabilité aux liquides.
- 20 Un autre objet de l'invention est de réaliser, selon ladite méthode, un film mince, à imperméabilité renforcée aux liquides et perméable à la vapeur d'eau, résistant cependant suffisamment à la déchirure, qui puisse être  
25 utilisé en tant que tel comme film arrière des couches pour enfants, pour adultes incontinents et des articles d'hygiène féminine, ou assemblé par laminage à un tissu non tissé, le produit laminé en résultant étant utilisé comme film arrière des couches pour enfants, pour adultes incontinents et des articles d'hygiène féminine, ou bien  
30 encore associé à une architecture multicouche par un procédé de coextrusion ou autre, utilisé en tant que tel comme film arrière des couches pour enfants, pour adultes incontinents et des articles d'hygiène féminine, ou assemblé par laminage à un tissu non tissé, le produit  
35 laminé en résultant étant utilisé comme film arrière des couches pour enfants, pour adultes incontinents et des articles d'hygiène féminine, aussi bien que pour des vêtements jetables ou que des films destinés à des

applications relatives au bâtiment, pour les films d'épaisseur plus importante.

### Sommaire de l'invention

5

Les objectifs précédemment cités peuvent être atteints en mettant en œuvre le procédé selon l'invention.

10 Ainsi, l'invention concerne un procédé de fabrication d'un film polyoléfinique multicouche, ayant simultanément les propriétés d'être perméable à la vapeur d'eau, et d'avoir une imperméabilité renforcée, voire totale, aux liquides, ce procédé comprenant les étapes de :

15 - coextrusion à partir d'une filière de mélanges de polymères et/ou copolymères polyoléfiniques dont l'un au moins contient des charges minérales, formant un film précurseur ;

20 - l'étirage du film précurseur pour former un film multicouche respirable,

caractérisé en ce que ledit film précurseur est un film multicouche de base, comportant au moins deux couches  
25 contiguës de même composition polyoléfinique, ayant au moins la structure "B"- "B".

l'invention concerne aussi un procédé de fabrication d'un film polyoléfinique multicouche, ayant simultanément les  
30 propriétés d'être perméable à la vapeur d'eau, et d'avoir une imperméabilité renforcée, voire totale, aux liquides, ce procédé comprenant les étapes de :

- coextrusion à partir d'une filière de mélanges de  
35 polymères et/ou copolymères polyoléfiniques dont l'un au moins contient des charges minérales, formant un film précurseur ;

- l'étirage du film précurseur pour former un film multicouche respirable,

caractérisé en ce que ledit film précurseur est un film multicouche de base, comportant au moins deux couches contiguës de même composition polyoléfinique, ayant au moins la structure "B"- "B", associé à au moins une autre couche de composition différente des au moins deux couches contiguës "B"- "B".

10

L'invention concerne un procédé de fabrication d'un film polyoléfinique à structure multicouche par coextrusion, ayant simultanément les propriétés d'être perméable à la vapeur d'eau, et d'avoir une imperméabilité renforcée, c'est-à-dire ne présentant aucune perte de sa propriété de perméabilité aux liquides, cette méthode comprenant les étapes de :

- coextrusion à partir d'une filière, d'au moins deux couches contiguës de même composition polyoléfinique comprenant des charges minérales formant un film de base multicouche ayant au minimum la structure suivante : "B"- "B", avec au moins une couche possédant une autre propriété spécifique pour former un film précurseur d'au moins trois couches ayant au minimum la structure suivante "A"- "B"- "B" ou "C"- "B"- "B" où "A" est une couche de peau spécifique, "B" est une couche de base et "C" est une couche de peau/d'adhésion spécifique ;

- l'étirage du film précurseur multicouche pour former le film multicouche perméable à la vapeur d'eau sans perte de sa propriété d'imperméabilité aux liquides.

L'invention concerne également un film mince à structure multicouche, perméable à la vapeur d'eau sans perte de sa propriété d'imperméabilité aux liquides, utilisé aussi bien seul qu'assemblé par laminage avec un tissu non tissé, comme film arrière pour les

articles sanitaires jetables, pour enfants, pour adultes incontinents et pour les articles d'hygiène féminine, ou les vêtements.

5 Description détaillée de l'invention

Selon l'invention, l'étape d'extrusion, au cours de laquelle est formé le film précurseur, comprend la coextrusion simultanée d'au moins deux couches  
10 contiguës de même composition, ayant la structure minimum "B"- "B", représentant au plus 100% de l'épaisseur totale du film.

Selon l'invention également, l'étape d'extrusion, au  
15 cours de laquelle est formé le film de base "B"- "B", peut comprendre la coextrusion simultanée d'au moins trois couches, dont deux couches au moins "B"- "B" sont contiguës et de même composition, la au moins troisième  
20 couche, de composition différente des couches contiguës "B"- "B", étant choisie parmi les couches "A" et "C".

Les épaisseurs des différentes couches s'expriment en pourcentage de l'épaisseur totale du film multicouche respirable, et sont les suivantes :

25 pour les couches de base contiguës "B"- "B", d'environ 40 % à environ 95 % d'épaisseur cumulés des deux couches,  
pour l'au moins troisième couche, l'épaisseur varie  
30 entre 5 % et 60 % de l'épaisseur totale du film respirable.

Lorsque le film respirable comprend au moins quatre  
couches, parmi lesquelles deux couches "B"- "B", les  
35 deux autres couches étant choisies parmi les couches "A" et "C", le film de base "B"- "B" a la même épaisseur que précédemment décrite, alors que les couches "A" et

"C" ont chacune une épaisseur variant d'environ 5 % à environ 30 % de l'épaisseur totale du film respirable.

5 Lesdites couches "A", "B" et "C" sont entièrement composées de polymères polyoléfiniques, l'élastomère entrant dans la composition de certaines couches, étant lui-même choisi préférentiellement parmi ceux d'origine oléfinique.

10 Couches de base contiguës "B"- "B"

Les couches de base contiguës "B"- "B", selon l'invention qui sont coextrudées et rendues microporeuses par étirage, sont formées d'au moins un 15 homopolymère et/ou un copolymère polyoléfinique et d'au moins une charge particulaire, et éventuellement d'un ou de plusieurs élastomères généralement à base de polyoléfine.

20 Ces homopolymères ou copolymères sont choisis dans le groupe comprenant les polyéthylènes homo et/ou copolymères, préférentiellement les polyéthylènes linéaires à basse densité et/ou des polypropylènes homo et/ou copolymères.

25 Quand des polyéthylènes, homo ou copolymères polymérisés à haute pression, ou des polyéthylènes à haute densité et basse pression sont utilisés, ils sont choisis parmi ceux ayant une densité comprise dans 30 l'intervalle 0,915 à 0,965 (norme ASTM 1505), et préférentiellement dans l'intervalle de plus basse densité de 0,915 à 0,935.

35 Quant aux polyéthylènes linéaires à basse densité, ils ont une densité comprise entre 0,890 et 0,940 et peuvent être choisis dans le groupe des copolymères d'éthylène et de comonomères alpha oléfiniques tels que ceux en C4 à C10, pouvant être obtenus par exemple par



polymérisation catalytique en présence d'un catalyseur, tel qu'un métallocène ou selon d'autres modes. Ces comonomères en C4 à C10 sont choisis, de préférence, dans le groupe comprenant le butène-1, le pentène-1, l'héxène-1, le 4-méthylpentène-1, l'heptène-1, et l'octène-1.

Les polymères de propylène homo ou copolymères incluent des homopolymères de propylène, des copolymères de propylène avec de l'éthylène, des copolymères de propylène avec des comonomères alpha oléfiniques en C4 à C10. Pour les copolymères de propylène, un ou plusieurs comonomères alpha oléfiniques peuvent être utilisés. Les copolymères de propylène alpha-oléfinique peuvent avoir une teneur en alpha oléfine comprise entre 0,1 % et 40 % en poids, et de préférence encore de 1 % à 10 % en poids.

Lorsque des copolymères de polypropylène sont utilisés, ils sont préférentiellement choisis dans le groupe des copolymères d'éthylène-propylène.

Les polymères et/ou copolymères des couches de base contiguës "B"- "B" sont choisis de telle manière que l'indice de fluidité soit compris entre 0,2 et 15,0 g/10 min; mesuré selon les références d'une charge de 2,16 kg, d'une température de 190°C pour les polyéthylènes et 230°C pour les polypropylènes avec un orifice standard (norme ASTM D 1238).

Pour le procédé par coulée (cast process), l'indice de fluidité peut varier de 0,8 à 15,0 g/10 min, et pour le procédé de soufflage (blown process) de 0,2 à 10,0 g/10 min.

Toutefois, les couches de base contiguës "B"- "B" sont de préférence fabriquées à partir d'un polyéthylène

linéaire à faible densité (copolymères d'éthylène et d'alpha-oléfine).

5 Tous ces polymères ou copolymères peuvent être formulés avec des agents glissants et des agents antibloquants, de même qu'avec des agents antioxydants et stabilisants.

10 Les couches de base contiguës "B"- "B" selon l'invention contiennent également au moins une charge particulaire à raison de 30 % à 80 % en poids et préférentiellement de 40 % à 55 % en poids du cumul de ladite charge particulaire et de la matière polymère.

15 Ces charges particulières connues dans l'état de la technique, peuvent provenir de tous matériaux organiques ou inorganiques ayant une faible affinité pour l'eau naturellement ou par un traitement approprié et une rigidité par opposition à l'élasticité de la  
20 matière polymère.

Les charges particulières organiques peuvent comprendre, par exemple, des polymères avec un haut point de fusion et/ou à haute viscosité et dont les  
25 particules ont une taille compatible avec l'étape d'étirage du procédé. De tels polymères sont, par exemple, des polyéthylènes, des polypropylènes, des polyamides, des polyesters, des polyuréthanes à haute densité et de poids moléculaire extrêmement élevé.

30 Les charges particulières inorganiques peuvent comprendre des sels de métaux, tels que du carbonate de baryum ; du carbonate de calcium ; du carbonate de magnésium ; du sulfate de magnésium ; du sulfate de  
35 baryum ; du sulfate de calcium, des hydroxydes de métaux, tels que l'hydroxyde d'aluminium ; l'hydroxyde de magnésium, des oxydes de métaux, tels que de l'oxyde de calcium ; de l'oxyde de magnésium ; de l'oxyde de

titane ; du dioxyde de titane et de l'oxyde de zinc, ou d'autres matériaux particuliers, tels que l'argile, du kaolin, du talc, de la silice, de la terre à diatomées, de la poudre de verre, de mica, d'aluminium et des  
5 zéolites.

Les charges particulières inorganiques sont préférentiellement choisies dans le groupe constitué par le carbonate de calcium, le sulfate de baryum, la  
10 silice, l'alumine, le kaolin, et le talc.

Le carbonate de calcium est particulièrement préféré en raison de son coût économique, de sa blancheur, de son inertie et de sa disponibilité.

15 Les charges particulières inorganiques (telles que le carbonate de calcium) peuvent être traitées en surface pour les rendre hydrophobes, et pour améliorer la liaison de la charge avec le polymère. Un revêtement  
20 préféré est l'acide stéarique réagissant avec le stéarate de calcium qui est utilisé dans l'alimentation. Mais, d'autres revêtements sont possibles.

25 Il peut être souhaitable de traiter en surface des charges inorganiques pour une dispersion optimale dans la matière polymère, et pour éviter toute agglomération (pouvant former un agrégat particulière provoquant la création de trous durant l'opération d'étirage). On  
30 peut réaliser ceci grâce à un traitement de surface ou en incorporant dans la matière polymère un agent de dispersion tel que des phosphates d'alkyle, des phosphonates d'alkyle, des sulfates d'alkyle, des sulfonates d'alkyle, ou analogues (éventuellement  
35 oxyéthylées).

Bien que la quantité de charges particulières introduite dans les couches de base contiguës "B"- "B"

ait été antérieurement mentionnée, il est souhaitable de préciser les raisons des limites en pour cent en poids déjà évoquées.

- 5 En effet, la quantité de charges particulières ajoutée aux polyoléfines dépend des propriétés souhaitées pour le film respirable, qui doit posséder entre autres une bonne résistance à la déchirure, une vitesse de transmission de vapeur d'eau suffisante et une
- 10 élasticité également suffisante. Cependant, il apparaît qu'un film ne peut pas être suffisamment respirable quand il est fabriqué avec une quantité de charges inférieure à environ 30 % en poids de la composition polyoléfine-charges. Ainsi, la quantité minimum de 30 %
- 15 en poids de charges est nécessaire pour assurer la création d'une microporosité utile du film lors de l'étirage. De plus, il apparaît que les films ne peuvent pas être mis en œuvre avec une quantité de charges supérieure à environ 80 % en poids de la
- 20 composition polyoléfine-charges car des quantités plus importantes de charges peuvent causer des problèmes lors du mélange et provoquer des pertes significatives de résistance pour le film respirable final.
- 25 C'est pourquoi, la quantité de charges particulières entrant dans la composition des couches selon l'invention est comprise entre environ 30 % et 80 % en poids, par rapport au cumul de la matière polymère et de la charge.

30 Les diamètres moyens des charges particulières mises en œuvre dans l'invention sont choisis entre 0,5 et 5 microns, et de préférence entre 0,8 et 2,2 microns pour les couches de base contiguës "B"- "B", pour des films

35 ayant une épaisseur comprise entre 20 et 100 microns avant étirage.

Les matières polyoléfiniques selon l'invention et les charges mises en oeuvre dans cette invention peuvent être mélangées de différentes manières connues.

5 Selon l'invention, les élastomères mis en oeuvre dans les couches de base contiguës "B"- "B", sont choisis dans le groupe constitué par les caoutchoucs éthylène-propylène (EPR), caoutchoucs modifiés éthylène-propylène-diène (EPDM), styrène-butadiène-styrène  
10 (SBS), styrène-éthylène-butadiène-styrène (SEBS), caoutchoucs styrène-butadiène (SBR), éventuellement réticulés partiellement ou totalement, styrène-isoprène-styrène (SIS), caoutchoucs butyle (BR), caoutchoucs nitrate-fuel (NBR), caoutchoucs hydrogène-  
15 nitrile-butyle et acétate polyvinyle ; ou utilisés conformément avec un mélange, (soit dans un réacteur ou par extrusion), de polyéthylène et/ou de propylène semi-cristallin avec au moins un autre élastomère, tel que par exemple du polyéthylène/caoutchouc éthylène-  
20 propylène (PE/EPR), du polyéthylène/caoutchouc modifié éthylène-propylène-diène (PE/EPDM). Il est également possible que la fraction élastomérique soit partiellement ou complètement réticulée, ou appartienne au groupe des polypropylènes (homopolymères) avec des  
25 blocs amorphes et semi-cristallins et des copolymères de propylène/éthylène ou alpha-oléfine avec des blocs amorphes et semi-cristallins.

30 Tous ces polymères ou copolymères peuvent être formulés par introduction de divers agents, tels que des agents glissants et antibloquants, des agents antioxydants et stabilisants.

35 Selon l'invention, le film de base "B"- "B" peut être utilisée pour recycler les déchets des matériaux multicouches récupérés dans le procédé, avant étirage ou après étirage, ou potentiellement après les étapes d'assemblage. La quantité de matériaux recyclés dans la

couche centrale "B" peut varier de 0 à 50 % en poids, et est préférentiellement comprise entre 0 et 25 % en poids.

5     Association du film de base "B"- "B" avec d'autres couches par un procédé de coextrusion

10     Comme mentionné précédemment, selon l'invention, l'étape de coextrusion durant laquelle est formé le film précurseur de base "B"- "B", peut comprendre la coextrusion simultanée d'au moins trois couches, avec au moins deux couches contiguës et de même composition, ayant au moins la structure "B"- "B", et une autre couche au moins, de composition différente des couches 15     "B", pouvant être choisie parmi les couches "A" et "C", dites couches spécifiques.

20     Cette autre couche spécifique l'est de la propriété qu'elle possède, portant par exemple sur le toucher, l'adhésion, les conditions d'assemblage, la respirabilité, la capacité à améliorer les performances d'extrusion par rapport aux problèmes liés à la filière.

25     L'évolution actuelle des marchés conduit à des exigences plus fonctionnelles pour de tels films respirables, imperméables aux liquides, comprenant un revêtement doux au toucher et une capacité à être assemblés avec les tissus non tissés. Comme dans la plupart des cas, les films microporeux ont une capacité 30     extensible modeste et une résistance assez faible à la déchirure, ils sont souvent combinés avec un autre substrat (qui peut être par exemple un tissu non tissé).

35     La couche de peau spécifique "A" microporeuse selon l'invention est formée d'au moins un copolymère polyoléfinique ayant un module E inférieur à 50 mPa

(ASTM 882). Ce copolymère est choisi dans le groupe formé par les copolymères polaires à base d'éthylène et/ou les polymères polyoléfiniques greffés.

- 5 De tels copolymères polaires et polymères polyoléfiniques greffés mettent en évidence des niveaux de cristallinité différents, de ceux des versions homopolymères : ils présentent des propriétés de transfert de la vapeur d'eau plus importantes et des propriétés de douceur au toucher améliorées pour la  
10 couche de peau considérée "A".

- La perméabilité aux gaz et à la vapeur d'eau de ladite couche spécifique "A" est mesurée par la vitesse de  
15 transmission de vapeur d'eau (exprimée en  $\text{g/m}^2/24$  heures à une température donnée et une humidité relative donnée, par exemple à  $38^\circ\text{C}$  et 90 % pour une épaisseur donnée).

- 20 Les propriétés de douceur au toucher sont mesurées (selon le test tactile ASTM D882) par un module E qui doit être inférieur à 50 mPa.

- Le copolymère éthylénique polaire mis en œuvre dans la  
25 réalisation de la couche spécifique "A" est un copolymère composé d'éthylène et d'au moins un comonomère à caractère polaire choisi dans le groupe constitué par la famille des esters vinyliques, par la famille des acides et esters acryliques et  
30 méthacryliques.

- D'une manière préférentielle, le comonomère polaire peut être choisi dans le groupe constitué par l'acétate de vinyle, le propionate de vinyle, l'acide acrylique,  
35 l'acide méthacrylique et leurs esters tels que les acrylates ayant 4 à 8 atomes de carbone tels que l'acrylate de méthyle, l'acrylate d'éthyle, l'acrylate de n-propyle, l'acrylate d'isopropyle, l'acrylate de n-

butyle, l'acrylate t-butyle, l'acrylate d'isobutyle et les méthacrylates ayant 4 à 8 atomes de carbone, tels que méthacrylate de méthyle, méthacrylate d'éthyle, méthacrylate de n-propyle, méthacrylate d'isopropyle, méthacrylate de n-butyle, méthacrylate de t-butyle et le méthacrylate d'isobutyle. Un ou plusieurs de ces comonomères peuvent être utilisés simultanément.

Les copolymères d'éthylène et d'au moins un comonomère polaire sont formés d'au plus 30 % en poids de comonomère. Une teneur en comonomère supérieure à 30 % en poids, copolymérisé avec de l'éthylène, engendre des problèmes d'odeur et d'adhésion.

Les copolymères d'éthylène et d'au moins un comonomère polaire doivent avoir un indice de fluidité compris dans l'intervalle de 1 à 15 g/10 min dans des conditions standard (MFI norme ASTM D 1238 - 2,16 kg - 190°C).

Les polymères polyoléfiniques greffés mis en œuvre dans la réalisation de la couche spécifique "A" peuvent être fabriqués par greffage chimique au moyen d'acide acrylique, d'acide méthacrylique, d'anhydride maléic et d'acrylates et méthacrylates d'alkyle dans lesquels l'alkyle est une chaîne hydrocarbonée de C1 à C8.

L'indice de fluidité de tels polymères greffés se situe dans le même intervalle que les copolymères polaires mentionnés précédemment.

Tous ces polymères ou copolymères peuvent contenir des agents glissants et antibloquants aussi bien que des agents antioxydants et stabilisants.

Selon l'invention, la couche de peau/d'adhésion spécifique "C" qui va devenir microporeuse lors de l'étirage, comprend au moins, un agent liant d'adhésion



et/ou un homopolymère et/ou un copolymère polyoléfinique thermoplastique et une charge particulaire.

- 5 Ces polymères polyoléfiniques sont choisis dans le groupe qui comprend des polyéthylènes, et de préférence des polyéthylènes linéaires à basse densité et/ou des polypropylènes et/ou des copolymères d'éthylène-propylène et d'éthylène et d'alpha oléfine.

10

- Les composants polyoléfiniques homopolymères et/ou copolymères de la couche de peau/d'adhésion spécifique "C" microporeuse sont des polyéthylènes linéaires à basse densité, de densité comprise entre 0,880 et 0,940, des copolymères d'éthylène et de comonomères alpha-oléfiniques, tels que ceux en C4 à C10 et/ou un polyéthylène réticulé à haute pression de densité comprise entre 0,915 et 0,965, et de préférence entre 0,915 et 0,935 et/ou un polypropylène, et un copolymère de propylène et d'éthylène choisi de préférence dans un groupe de copolymères bloc aléatoires.

- 25 Selon l'invention, l'agent adhésif/liant présent uniquement dans la couche de peau/d'adhésion spécifique "C" est choisi dans le groupe des copolymères d'éthylène et de comonomères polaires ou non polaires, des copolymères de propylène et de comonomères polaires ou non polaires et/ou des homopolymères ou copolymères (à base d'éthylène ou de propylène) greffés.

30

- Les copolymères non polaires peuvent être choisis dans le groupe des élastomères, précédemment décrit pour les couches de base contiguës "B"- "B". L'agent adhésif/liant est introduit dans la composition de ladite couche à raison de 2 % à 20 % et de préférence de 5 % à 15 % en poids.

35

Quant aux copolymères polaires ils peuvent être choisis dans le groupe précédemment décrit pour la couche de peau spécifique "A".

5 La couche de peau/d'adhésion spécifique "C" selon l'invention comprend de 30 % à 80 % en poids et de préférence de 45 % à 55 % en poids de charges particulières.

10 Ces diverses charges mentionnées antérieurement pour les couches de base contiguës "B"- "B" comprennent les charges organiques et minérales mais sont choisies de préférence dans le groupe des charges minérales comprenant le carbonate de calcium, le sulfate de baryum, la silice, l'alumine, le kaolin, le talc et  
15 très préférentiellement le carbonate de calcium. Les diamètres moyens des charges particulières sont choisis entre 0,2 et 3 microns, et de préférence entre 0,8 et 1,5 microns pour la couche de peau/d'adhésion spécifique "C", afin de renvoyer la jauge mince à  
20 l'extrémité de ladite couche spécifique "C".

Comme décrit précédemment, la charge minérale peut être traitée en surface ou associée à un agent de  
25 dispersion.

L'ajout de  $TiO_2$  blanc (ou d'autres pigments) est possible dans n'importe quelle couche "A", "B" ou "C".

30 Tous ces polymères peuvent être formulés selon des méthodes connues pour une stabilisation thermique améliorée.

35 Procédé de coextrusion et méthode de fabrication du film respirable multicouche

Le film précurseur multicouche de base est coextrudé dans une filière, dans le cadre d'un procédé par

coulée, et est fixé sur le rouleau de refroidissement au moyen d'une boîte à vide et/ou d'une lame d'air. Le film précurseur multicouche de base est par la suite réchauffé et étiré entre au moins deux systèmes de  
5 rouleaux (primaire et secondaire) d'étirage. Une étape de stabilisation thermique peut être intégrée dans la chaîne de fabrication, afin de libérer les tensions créées dans le film lors de l'étape d'étirage.

10 Lorsque le film précurseur de base comportant au moins deux couches contiguës "B"- "B" est associé à au moins une autre couche, on utilise et conduit de la même manière le procédé de coextrusion.

15 Une étape d'impression ultérieure et une étape de gaufrage du film peuvent également exister dans le cadre de l'invention.

#### Procédé de coextrusion / film par coulée

20

Comme précédemment évoqué, le procédé consiste :

- à coextruder simultanément au moins un film précurseur de base à au moins deux couches à partir  
25 d'une filière, alors que ledit film précurseur multicouche de base peut être associé, lors de la coextrusion, à au moins une autre couche de composition différente, avec la structure suivante :  
"A"- "B"- "B", "C"- "B"- "B", "B"- "B"- "B" ou au moins  
30 quatre couches dont les structures peuvent être "A"-  
"B"- "B"- "A", "C"- "B"- "B"- "C", "A"- "B"- "B"- "C", où "A" est une couche de peau spécifique, "B"- "B" est le film de base, et "C" est une couche de  
peau/d'adhésion ;

35

- et à étirer par la suite ledit film précurseur multicouche coextrudé, pour former ainsi le film multicouche respirable, en créant des micro-porosités

5 dans la couche centrale et dans les couches de peau, étant entendu que le procédé d'étirage est conduit et les diverses couches sont formulées pour permettre la création de la micro-porosité qui permet le passage de vapeur d'eau mais qui empêche complètement le passage des liquides.

10 L'association du film de base comportant au moins deux couches contiguës "B"- "B" à au moins une autre couche peut être aussi conduite par d'autres procédés connus, comme l'extrusion-laminage, en ligne ou lors d'une autre étape.

15 Des méthodes conventionnelles de fabrication de films multicouches ou de feuilles peuvent être facilement modifiées, pour permettre la mise en œuvre de l'invention. Ainsi, le film multicouche peut être réalisé en utilisant une chaîne de coextrusion pour un film mince par coulée (cast film), ou une chaîne de  
20 coextrusion pour un film soufflé (blown cast).

25 Quand il s'agit du procédé de coextrusion du film par coulée, la température de fusion de la matière polymère peut être réglée entre environ 200°C et 250°C.

30 Selon la présente invention, le film précurseur de base peut être coextrudé et fixé comme précédemment évoqué au rouleau de refroidissement au moyen d'une lame d'air et/ou une boîte à vide. Le film multicouche précurseur est rapidement refroidi. La température du film précurseur de base, en quittant le rouleau de refroidissement, est réglée entre 15°C et 60°C.

35 Procédé de coextrusion d'un film soufflé (blown cast)

Le film précurseur de base peut également être fabriqué sur une chaîne de coextrusion de film soufflé. Le polymère fondu est extrudé à travers une filière

multicouche annulaire, puis soufflé en une bulle qui est refroidie par de l'air dirigé à travers un anneau d'air.

- 5 La température de fusion de la matière polymère peut être réglée entre 150°C et 240°C.

10 La hauteur de la chaîne de refroidissement (la chaîne de refroidissement correspond au changement de brume sèche résultant de la solidification du polymère fondu est un paramètre important à contrôler. Cette hauteur de la chaîne de refroidissement est normalement réglée entre 10 et 80 cm de la surface de la filière.

- 15 Le rapport de soufflage correspondant au rapport entre le diamètre des bulles et le diamètre de la filière est un autre paramètre du procédé à contrôler : ce rapport de soufflage contrôle l'orientation de la direction croisée. Ce rapport de soufflage varie normalement d'environ 1,5 à 4,0.

20 La bulle est ensuite pliée pour former un film plat couché et enroulé sur un rouleau ou fendu et enroulé sous la forme de deux rouleaux séparés.

- 25 La vitesse de la chaîne est comprise entre 20 et 150 m/min pour un film précurseur de 100 à 20 microns.

30 Par la suite, le film précurseur de base est étiré, de manière similaire à l'étape décrite dans la technologie d'extrusion d'un film multicouche par coulée.

35 Comme antérieurement mentionné, un objet de l'invention est d'éliminer par dégazage au cours de l'extrusion les matières volatiles et l'humidité présentes qui, sous l'effet de la chaleur peuvent être libérées et peuvent provoquer une perte d'imperméabilité aux liquides par la formation de vide.

L'étape de dégazage est réalisée dans des conditions de vide inférieur à 200 millibars dans chacune des extrudeuses.

5

### Etirage

Le film précurseur hautement chargé (en tant que tel ou associé), lorsqu'il est étiré d'une manière contrôlée, produit un film microporeux de jauge beaucoup plus mince, qui possède les propriétés souhaitées de respirabilité et d'imperméabilité aux liquides.

10

Selon l'invention, l'extrusion et lesdites étapes d'étirage sont réalisées, de telle sorte que le film microporeux multicouche obtenu ait une épaisseur d'au plus 40 microns et de préférence d'au plus 25 microns, lorsqu'il est utilisé dans des applications relatives à l'hygiène, et jusqu'à 60 microns dans d'autres applications.

15

20

Avant d'être étiré, le film précurseur de base sortant du rouleau de refroidissement, est réchauffé jusqu'à la température adéquate pour l'étirage puis est étiré pour former un film multicouche respirable.

25

Le film précurseur de base peut être étiré par n'importe quelle méthode conventionnelle, par exemple par un étirage monoaxial ou biaxial. De préférence, le film multicouche précurseur est étiré dans une direction, qui est celle de la machine (sens longitudinal).

30

L'étirage est réalisé entre au moins deux systèmes de rouleaux fonctionnant à des vitesses de rotation différentes, dans une unité standard d'étirage. Le film précurseur multicouche est étiré à une température

35

comprise entre 20°C et 95°C, et le rapport d'étirage est compris entre 1:1,5 et 1:6.

5 L'étirage du film précurseur multicouche peut être réalisé en une ou plusieurs étapes, suivies d'une éventuelle étape de stabilisation thermique.

10 Comme déjà mentionné, les systèmes de rouleaux d'étirage opèrent à des vitesses de rotation différentes, afin d'obtenir, par exemple à partir d'un film précurseur de base de 80 microns, un film plus mince de, par exemple, 20 microns, correspondant à un rapport d'étirage monoaxial de 4:1, dépendant de la relaxation ; le rapport de vitesse entre les systèmes  
15 de rouleaux est connu sous le nom de taux d'étirage : ce rapport de vitesse est mesuré entre les systèmes de rouleaux d'entrée et de sortie de la zone d'étirage.

20 Enfin, après qu'il ait été étiré, le film respirable est thermiquement stabilisé (par la libération des tensions) en passant sur des systèmes de rouleaux chauffés. Les températures de stabilisation thermique (réglées par les températures des systèmes de rouleaux de stabilisation) sont comprises entre 30°C et 90°C  
25 pour le polyéthylène et 30°C et 120°C pour le polypropylène.

30 Selon l'invention, on met en œuvre un système de contrôle qualité, afin de détecter visuellement les défauts le long de la chaîne. Son but est de contrôler et de quantifier les types et nombres de défauts présents dans le film respirable, qui pourraient, selon leur fréquence et leur typologie, provoquer une perte totale ou partielle de l'imperméabilité aux liquides  
35 pour le film respirable.

Le film respirable multicouche selon l'invention peut également subir une étape de gaufrage après l'étirage :

ce gaufrage donne un toucher plus doux et réduit la brillance du film. Ce gaufrage a lieu entre deux rouleaux réglés à une température de 35°C à 100°C.

5     Utilisation du film

10     Le film respirable multicouche (film de base en tant que tel ou associé à au moins une autre couche) selon l'invention détient une vitesse de transmission de la vapeur d'eau d'au moins 500 g/m<sup>2</sup>/24 heures (à 38°C, 90 % d'humidité relative) et de préférence entre 2000 et 5000 g/m<sup>2</sup>/24 heures (à 38°C, 90 % d'humidité relative), sans perdre son imperméabilité aux liquides.

15     Le film respirable multicouche selon l'invention peut être utilisé dans la réalisation du film arrière (backsheet) d'une couche pour enfants, adultes incontinents et d'articles jetables d'hygiène, d'articles d'hygiène féminine, aussi bien que de  
20     vêtements jetables, ou bien assemblé avec un non tissé par laminage et utilisé en tant que produit laminé pour le film arrière d'une couche pour enfants, adultes incontinents et d'articles jetables d'hygiène, d'articles d'hygiène féminine et de vêtements jetables.

25     Selon l'invention, le film multicouche respirable a une épaisseur inférieure à 40 microns et de préférence inférieure à 25 microns.

30     Dans un autre mode de réalisation, l'épaisseur du film est bien supérieure et peut varier de 40 à 100 microns, ces films de jauge élevée étant utilisés pour les applications relatives au bâtiment, telles que l'isolation des murs et les toitures.

35



Exemple 1

L'invention sera mieux décrite en exposant un exemple spécifique. Ce premier exemple concerne la réalisation  
5 d'un film microporeux, multicouche ayant la structure "B"-  
"B"- "B", à imperméabilité renforcée aux liquides, c'est-à-  
dire ne présentant pas de perte de sa propriété  
d'imperméabilité aux liquides.

10 On réalise la mesure de l'imperméabilité aux liquides  
selon la norme EN 20811-1992.

Cette méthode consiste en une mesure de la perte  
hydrostatique. Il s'agit de mesurer la résistance au  
15 passage de l'eau à travers le film respirable. Le film  
subit une pression d'eau, croissant constamment, sur une  
face, dans des conditions standard, jusqu'à la pénétration  
en trois points. On relève la pression à laquelle l'eau  
pénètre en un troisième point. La pression de l'eau peut  
20 être appliquée en dessus ou en dessous du film spécimen à  
tester. La surface du film à tester est de 100 cm<sup>2</sup>.

On enregistre la hauteur d'eau correspondant à la  
formation de gouttes. Lorsqu'on mesure la pression  
25 hydrostatique sur un défaut léger, enregistré et bien  
identifié, sur un film spécimen à tester, respirable,  
d'une épaisseur de 20 microns, on peut établir la  
corrélation suivante présentée dans le tableau 1.

30

35

Tableau 1 : corrélation entre le type de défaut et la hauteur de la colonne d'eau.

Film respirable	Typologie et taille des défauts en mm <sup>2</sup>	Hauteur de la colonne d'eau en mm
Pas de défaut	0	Supérieure à 750
Niveau 1	1-2	600 ± 150
Niveau 2	2-100	300 ± 150
Niveau 3	100-1000	100 ± 50
Trous présents	> 1000	0-50

5

Alors qu'un film monolithique non respirable présentera des valeurs bien supérieures pour la hauteur de la colonne d'eau avant rupture (2 m ou plus selon l'épaisseur et l'élongation du matériel lors de la rupture), un film respirable présentera une réduction significative, inhérente de la hauteur de colonne d'eau atteinte.

10

On peut facilement mettre en œuvre un système de caméra à balayage lié à un logiciel sophistiqué sur un tel procédé conçu pour réaliser des films respirables ne présentant pas de perte de leur propriété d'imperméabilité aux liquides. L'enregistrement est continu et est effectué sur tout le film. On effectue le classement des défauts par type au moyen d'une analyse d'images qui correspondent à des images intégrées et stockées dans le logiciel. Une réponse rapide de l'ordinateur permet la lecture instantanée des caractéristiques des défauts du film.

15

20

Les défauts de "niveau 1" sont enregistrés optiquement comme ayant une dimension de 1 à 2 mm<sup>2</sup> et correspondant à des points noirs ou blancs, dus à une agglomération grossière de CaCO<sub>3</sub> ou autre, sans zone plus mince et plus légère entourant ces points. Lors de l'étirage, ils pourront provoquer une possible déchirure.

25

30

Les défauts de "niveau 2" sont enregistrés optiquement comme ayant une dimension de 2 à 100 mm<sup>2</sup>. Ils correspondent à des zones plus légères et plus minces, entourant un amorceur qui peut être un agglomérat ou un  
5 gel polymère, ou un vide (bulle gazeuse) présent initialement dans le mélange qui a été étiré lors de la fusion du mélange formant le film précurseur et allongé lors de l'étirage pratiqué par la suite. Ces défauts n'affecteront pas la résistance du film dans la direction  
10 transversale au-delà d'une limite de 50 %.

Les défauts de "niveau 3" sont enregistrés optiquement comme ayant une dimension de 100 à 1000 mm<sup>2</sup>. Ils correspondent aussi à des zones plus fines et plus  
15 légères, entourant un amorceur qui peut être un agglomérat plus grand ou un gel polymère plus grand, ou bien un vide (bulle gazeuse) plus grand, tous s'allongeant et provoquant un amincissement local du film fondu et étiré par la suite. Pour ces défauts, la résistance à la  
20 traction sera réduite à plus de 50 %.

Il faut souligner le fait que les filtres présents entre la zone de mesure de l'extrudeuse et la filière, au niveau de l'adaptateur, ne bloquent pas le passage de ces  
25 particules gênantes. Un filtre à tamis 250 arrête les particules de 60 microns. L'augmentation de la capacité de filtration se ferait au détriment du débit de l'extrudeuse et pourrait provoquer la formation de gel, allant à l'encontre de la production.

30

La hauteur d'eau dans la colonne d'eau hydrostatique exercera un allongement complémentaire sur ces défauts et provoquera une rupture à une hauteur d'eau plus haute ou plus basse en fonction de la typologie du défaut,  
35 résultant de l'épaisseur du film, de la surface et de la taille.

Il existe une corrélation directe entre la pression hydrostatique de l'eau (hauteur de la colonne en mm) qui peut être mesurée selon la typologie des échantillons discrets, et le nombre de défauts par typologie par 10000  
 5 m<sup>2</sup> de film produit qui peut être contrôlé en continu par la caméra à balayage.

Dans cet exemple, selon l'invention, on a produit un film microporeux multicouche de structure "B"- "B"- "B" ne  
 10 présentant pas de perte dans sa propriété d'imperméabilité aux liquides. Le polymère constituant le film de base "B"- "B"- "B" est un "Dowlex 2035" linéaire à basse densité dans un rapport de 45 % comprenant un carbonate de calcium traité en surface "Filmlink 520" dans un rapport de 45 %  
 15 et avec un ajout de 10 % de matières recyclées.

Tableau 2 : Structure et composants

	Film de base "B"- "B"- "B"
Distribution de l'épaisseur	Réparti de manière égale à 100 %
COMPOSANTS	-Polymère 1 45 % de "Dowlex 2035"
	-Charge 45 % de "Filmlink 520"
	-Matière recyclée 10 % de "B"- "B"- "B"

20 La matière recyclée est issue des découpes des bords du film respirable qui ont été densifiées et réincorporées dans les extrudeuses alimentant la filière du film précurseur de base.

25 Les différents matériaux cités dans l'exemple précédent sont décrits ci-dessous :

- le "Dowlex 2035" de Dow est un polyéthylène linéaire à basse densité à base d'octène ayant un indice de fluidité de 6,0 g/10 min (MFI norme ASTM D 1238 - 2,15  
 30 kg - 190°C) et une densité de 0,919 ;

- "Filmlink 520" de English China Clay (ECC) est une charge de carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ) broyé humide ayant un diamètre moyen D50 des particules de 2,0 microns. Elle possède une enveloppe hydrophobe de 1 % et un Elrepho (brillance ISO) de 90.

On obtient le film précurseur de base "B"- "B"- "B" par une coextrusion coulée. Cedit film est ensuite fixé sur un rouleau de refroidissement au moyen d'une lame d'air et d'une boîte à vide. On utilise ce procédé pour éliminer la fumée qui apparaît lors du procédé d'extrusion.

Les températures d'extrusion sont réglées entre 180°C et 240°C. La température de l'adaptateur est réglée à 235°C, alors que la température de la filière est réglée à une température légèrement plus élevée. On utilise une filière automatique, afin de réaliser un contrôle précis de la jauge : la précision atteinte est inférieure à plus ou moins 2 %. On contrôle la température de fusion à 230°C.

On a fortement dégazé les polymères dans les trois différentes extrudeuses, afin d'éliminer toutes les matières volatiles ou l'air piégé, présentes dans les polymères, le vide étant réglé à moins de 200 millibars.

Le film précurseur de base "B"- "B"- "B" a une épaisseur finale de 80 microns avant l'étirage. Il est réalisé à une vitesse de chaîne d'environ 25 m/min. Après être étiré dans un rapport de 4:1, le film respirable résultant a une épaisseur de 20 microns et une respirabilité d'environ 3500 g/m<sup>2</sup> par 24 heures (à 38°C, avec une humidité relative de 90 %).

Comme précédemment énoncé, s'il n'est pas possible de donner une valeur statistiquement significative du comportement d'imperméabilité aux liquides du film respirable par comparaison, il est tout à fait approprié de considérer l'apparition de défauts qui constitue

l'indicateur véritable d'une telle propriété, à une épaisseur donnée du film.

Le tableau 3 ci-dessous résume cette comparaison qui indique le nombre de défauts mesuré optiquement le long de la chaîne par typologie et pour 10000 m<sup>2</sup> de film produit - apparition de défauts :

Tableau 3 : Apparition/Détection comparative des défauts

Défauts, types et nombre	Film monocouche précurseur "B"	Film de base précurseur "B"- "B"- "B"	Film respirable étiré, monocouche "B"	Film respirable étiré "B"- "B"- "B"
Epaisseur du film (microns)	80	80	20	20
Trous	0	0	3	0
Niveau 3	2	0	8	2
Niveau 2	16	8	64	26
Niveau 1	80	86	66	86

De tels résultats confirment l'amélioration des performances que l'on peut attribuer au concept du film de base constitué par deux couches ou plus, contiguës et de même composition.

Il est nécessaire de souligner que la lecture par caméra est faite à travers la structure entière de la couche. Plus précisément, l'apparition de défauts est distribuée statistiquement parmi les trois couches contiguës "B"- "B"- "B", ou parmi les deux couches contiguës "B"- "B". Ces défauts pondérés par le nombre de couches se révèlent en nombre très inférieur au nombre de défauts présents dans le monocouche.

Le film respirable est gaufré après avoir été étiré et stabilisé thermiquement. Cette étape est réalisée entre deux rouleaux de gaufrage chauffés, gravés de manière appropriée. Les températures de gaufrage sont connues dans l'état de l'art. Le contrôle des défauts est effectué avant l'enroulement.

Le film respirable multicouche de l'exemple 1 réalisé selon l'invention est utilisé dans la réalisation de film arrière de couches et d'articles d'hygiène jetables ou assemblé avec un non tissé et utilisé pour un film arrière laminé de couches ou d'articles d'hygiène jetables, de produits d'hygiène féminine, aussi bien que le vêtement jetable.

15

### Exemple 2

Dans cet autre exemple, on modifie les compositions, afin d'adapter le film à d'autres exigences fonctionnelles.

20

Le film produit est un film de base "B"- "B" associé par coextrusion à une troisième couche "A" spécifique.

Tableau 4 : Structure et composants

25

	Film de base "B"- "B"	Troisième couche "A" associée
Distribution de l'épaisseur	90 %	10 %
-Polymère 1	42 % de "Dowlex 2035"	100 % de (Lotryl 20MB08)
-Polymère 2	8 % de copolymère bloc "Adflex X1025"	
-Charges	50 % de "Filmlink 520"	
-Matière recyclée	0	

- le "Lotryl 20 MB08" d'ATOCHEM est un copolymère d'éthyle (méthacrylate) ayant un indice de fluidité de 8,0 g/10 min (MFI norme ASTM D 1238 - 2,16 kg - 190°C), avec une teneur en méthacrylate de méthyle de 20 %, formulé avec des agents glissants et antibloquants, afin de faciliter le procédé ;
  - l'"Adflex X102S" de MONTELL est un polymère polyoléfinique thermoplastique avec un indice de fluidité de 8,0 g/10 min (MFI norme ASTM D 1238 - 2,16 kg - 230°C) et une densité de 0,890 et un point de ramollissement de Vicat de 55°C.
- 15 L'extrusion et les opérations d'étirage ultérieures sont très similaires à celles décrites dans l'exemple 1.

20 Le nombre de défauts est du même ordre de grandeur que dans l'exemple 1 soulignant l'importance du concept du film de base, en considérant l'emploi de deux couches contiguës de même composition, selon l'invention. La présence de "Adflex X102S" provoque un niveau de défauts légèrement supérieur.

25 On mesure une respirabilité finale de 3000 g/m<sup>2</sup>/24 heures (à 38°C et 90 % d'humidité relative).

30 Il n'y a pas eu le moindre dépôt sur le rouleau de refroidissement, car la couche "A", en contact avec le rouleau de refroidissement, ne contient pas de charges.

Ce film respirable est utilisé en tant que tel comme film arrière pour les couches pour enfants. La couche de peau spécifique "A" offre un toucher doux. De plus, le film a  
35 été gaufré après l'étape d'étirage.



Exemple 3

Dans cet exemple, on modifie les compositions, afin  
5 d'adapter le film à d'autres exigences fonctionnelles.

Le film produit est un film de base "B"- "B" associé par  
coextrusion à une troisième couche "C".

10 Tableau 5 : Structure et composants

	Film de base "B"- "B"	Troisième couche "C" associée	
Distribution de l'épaisseur	80 %	20 %	
COMPOSANTS	-Polymère 1	32 % de "Dow Elite 5200"	38 % de "Boréalys BD801F"
	-Polymère 2	10 % de "Escorene 259" "	10 % de "Adflex X102S"
	-Charges	50 % de "Filmlink 520"	52 % de "Filmlink 400"
	-Matière recyclée	0	
	-Additifs	8 % de copolymère polypropylène "Adflex X102S"	

Les deux couches contiguës "B"- "B" de composition  
identique ont la même épaisseur. La troisième couche "C"  
15 est associée par coextrusion.

- l'"Elite 5200" de DOW est un polyéthylène linéaire à  
basse densité à base d'octène (catalyseur métallocène),  
d'indice de fluidité de 4,0 g/10 min (MFI norme ASTM D  
20 1238 - 2,16 kg - 190°C) et de densité 0,917 ;

- l'"Escorene 259" de EXXON est un polyéthylène à basse densité ramifié à haute pression avec un indice de fluidité de 12 g/10 min (MFI norme ASTM D 1238 - 2,16 kg - 190°C) et de densité 0,915 ;

5

- Le BD 801F de BOREALIS est un polypropylène ;

- le "Filmlink 400" de ENGLISH CHINA CLAY (ECC) est une charge de carbonate de calcium broyé humide ( $\text{CaCO}_3$ ) avec un diamètre moyen D50 des particules de 1,2 microns. Cette charge possède un revêtement hydrophobe de 1 % et un Elrepho (brillance ISO) de 90.

10

- Les conditions de réalisation des opérations au niveau de l'extrusion, aussi bien qu'au niveau de l'étirage, sont ajustées pour s'adapter à de faibles différences de viscosité, mais variant de moins de 10°C par rapport à l'exemple 1.

15

- Dans un autre mode de réalisation, l'"Adflex X102S" est remplacé par "Kraton D-2122 compound" de SHELL, un copolymère bloc SBS, avec un indice de fluidité de 21 g/10 min (MFI norme ASTM D 1238) et de densité 0,930, selon la norme ASTM D 792.

20

- Le film respirable présente une respirabilité de 2000 g/m<sup>2</sup>/24 heures à 38°C avec une humidité relative de 90 %.

25

- Le nombre de défaut est compris dans l'intervalle mentionné dans l'exemple 2, qui est légèrement (10 %) plus élevé que le nombre de défauts atteint dans l'exemple 1. en raison d'une "pluie de gel" (gel shower) qui résulte de la présence de copolymères blocs.

30

- Le film respirable final a une épaisseur de 20 microns après l'étape d'étirage. Il n'a pas été étiré, mais laissé comme tel. Il a ensuite été assemblé avec un non tissé, la couche "C" ayant la capacité exigée à être lié au non

35

tissé considéré. Le produit laminé final est utilisé comme film arrière de couches jetables pour enfants.

Dans un autre mode de réalisation, l'épaisseur globale du  
5 film est de 40 microns après l'étape d'étirage. On obtient  
cette épaisseur en réduisant proportionnellement la  
vitesse de la chaîne lors de l'étape de formation du film  
précurseur, tout en maintenant le rapport d'étirage aux  
niveaux précédents. En raison de l'augmentation de  
10 l'épaisseur du film, l'apparition d'amorce de déchirure et  
de la perte d'imperméabilité aux liquides qui s'ensuit.

Le film est utilisé dans le bâtiment, dans des  
applications relatives à l'isolation.

Revendications

1. Procédé de fabrication d'un film polyoléfinique multicouche, ayant simultanément les propriétés d'être perméable à la vapeur d'eau, et d'avoir une imperméabilité renforcée aux liquides, ce procédé comprenant les étapes de :
- 5
- 10 - coextrusion à partir d'une filière de mélanges de polymères et/ou copolymères polyoléfiniques et dont l'un au moins contient des charges minérales, formant un film précurseur multicouche ;
- 15 - l'étirage du film précurseur pour former un film multicouche respirable,
- 20 caractérisé en ce que ledit film précurseur est un film multicouche de base, comportant au moins deux couches contiguës de même composition polyoléfinique, ayant au moins la structure "B"- "B".
2. Procédé de fabrication d'un film polyoléfinique multicouche, ayant simultanément les propriétés d'être perméable à la vapeur d'eau, et d'avoir une imperméabilité renforcée aux liquides, ce procédé comprenant les étapes de :
- 25
- 30 - coextrusion à partir d'une filière de mélanges de polymères et/ou copolymères polyoléfiniques dont l'un au moins contient des charges minérales pour former un film précurseur multicouche ;
- 35 - l'étirage du film précurseur pour former un film multicouche respirable,
- caractérisé en ce que ledit film précurseur est un film multicouche de base, comportant au moins deux

5 couches contiguës de même composition polyoléfinique, ayant au moins la structure "B"- "B", associé à au moins une autre couche polyoléfinique de composition différente, des au moins deux couches contiguës "B"- "B".

10 3. Procédé de fabrication d'un film polyoléfinique multicouche à structure multicouche, ayant simultanément les propriétés d'être perméable à la vapeur d'eau, et d'avoir une imperméabilité renforcée aux liquides, ce procédé comprenant les étapes de :

15 - coextrusion à partir d'une filière, d'au moins deux couches contiguës de même composition polyoléfinique comprenant des charges minérales, formant un film de base multicouche ayant au minimum la structure suivante : "B"- "B", avec au moins une autre couche polyoléfinique possédant une autre propriété  
20 spécifique pour former un film précurseur d'au moins trois couches ayant au minimum la structure suivante "A"- "B"- "B" ou "C"- "B"- "B" où "A" est une couche de peau spécifique, "B" est l'une des couches de base et "C" est une couche de peau/d'adhésion spécifique  
25 ;

- l'étirage du film précurseur multicouche pour former le film multicouche perméable à la vapeur d'eau sans perte de sa propriété d'imperméabilité aux liquides.  
30

4. Procédé de fabrication selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'étape de coextrusion comprend la coextrusion simultanée d'au moins deux couches contiguës de même composition "B"- "B", représentant au  
35 plus 100 % de l'épaisseur totale du film.

5. Procédé de fabrication selon l'une ou l'autre des revendications 2 ou 3, caractérisé en ce que l'étape

- d'extrusion comprend la coextrusion simultanée d'au moins trois couches, dont deux couches au moins "B"- "B" sont contiguës et de même composition, la au moins troisième couche étant choisie parmi les couches "A" et "C" de composition polyoléfinique différente des couches contiguës "B"- "B", dont les épaisseurs exprimées en pourcentage de l'épaisseur totale du film multicouche respirable sont :
- 5 -pour les couches de base contiguës "B"- "B", d'environ 40 % à environ 95 % d'épaisseur cumulée des deux couches,
  - 10 -pour la au moins troisième couche, l'épaisseur varie entre environ 5 % et environ 60 % de l'épaisseur totale du film respirable.
6. Procédé de fabrication selon la revendication 5, caractérisé en ce que, quand le film respirable comprend au moins quatre couches, parmi lesquelles deux couches "B"- "B" contiguës de même composition, les deux autres couches étant choisies parmi les couches "A" et "C", les couches "A" et "C" ont chacune une épaisseur variant d'environ 5 % à environ 30 % de l'épaisseur total du film respirable.
7. Procédé de fabrication selon l'une au moins des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que la composition des couches contiguës "B"- "B" comporte au moins un homopolymère et/ou un copolymère polyoléfinique et au moins une charge particulaire, et éventuellement un ou plusieurs élastomères à base de polyoléfine.
8. Procédé de fabrication selon l'une au moins des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que les polymères et/ou copolymères polyoléfiniques entrant dans la composition des couches contiguës "B"- "B" sont :

choisis dans le groupe comprenant les polyéthylènes homo- et/ou copolymères, préférentiellement les polyéthylènes linéaires à basse densité, et/ou les polypropylènes homo- et/ou copolymères.

5

9. Procédé de fabrication selon la revendication 8, caractérisé en ce que les polyéthylènes homo- ou copolymères entrant dans la composition des couches contiguës "B"- "B" sont choisis parmi ceux ayant une densité comprise dans l'intervalle 0,915 à 0,965 (norme ASTM 1505), et préférentiellement dans l'intervalle de plus basse densité de 0,915 à 0,935.

10

10. Procédé de fabrication selon la revendication 8, caractérisé en ce que les polyéthylènes linéaires à basse densité sont choisis parmi ceux ayant une densité comprise entre 0,890 et 0,940, et préférentiellement choisis dans le groupe des copolymères d'éthylène et des comonomères alpha-oléfiniques en C4 à C10.

15

20

11. Procédé de fabrication selon la revendication 10, caractérisé en ce que les comonomères en C4 à C10 sont choisis dans le groupe comprenant le butène-1, le pentène-1, l'hexène-1, le 4-méthylpentène-1, l'heptène-1 et l'octène-1.

25

12. Procédé de fabrication selon la revendication 8, caractérisé en ce que les polymères de propylène homo- ou copolymères sont choisis dans le groupe constitué par les homopolymères de propylène, les copolymères de propylène et d'éthylène, les copolymères de propylène et de comonomères alpha-oléfiniques en C4 à C10.

30

13. Procédé de fabrication selon la revendication 12, caractérisé en ce que les copolymères de propylène et d'alpha oléfine en C4 à C10 ont une teneur en alpha

35

oléphine comprise entre 0,1 et 40 % en poids, et de préférence entre 1 à 10 % en poids.

14. Procédé de fabrication selon l'une au moins des  
5 revendications 1 à 13, caractérisé en ce que les polymères et/ou copolymères des couches contiguës "B"-  
"B" sont choisis de telle manière que leur indice de fluidité mesuré par la méthode de "Melt Flow Index" (MFI) est compris entre 0,2 et 15 g/10 min, mesuré  
10 selon les références d'une charge de 2,16 kg, d'une température de 190°C pour les polyéthylènes et 230°C pour les polypropylènes avec un orifice standard (norme ASTM D 1238).
- 15 15. Procédé de fabrication selon l'une au moins des revendications 1 à 14, caractérisé en ce que les couches contiguës "B"-  
"B" contiennent au moins une charge particulaire d'origine minérale ou organique, à  
20 raison de 30 % à 80 % en poids et préférentiellement de 40 % à 55 % en poids du cumul de ladite charge particulaire et de la matière polymère.
16. Procédé de fabrication selon l'une au moins des revendications 1 à 15, caractérisé en ce que les  
25 élastomères mis en œuvre dans les couches contiguës "B"-  
"B", sont choisis dans le groupe constitué par les caoutchoucs éthylène-propylène (EPR), caoutchoucs modifiés éthylène-propylène-diène (EPDM), styrène-butadiène-styrène (SBS), styrène-éthylène-butadiène-styrène (SEBS),  
30 caoutchoucs styrène-butadiène (SBR), styrène-isoprène-styrène (SIS), caoutchoucs butyle (BR), caoutchoucs nitrate-fuel (NBR), caoutchoucs hydrogène-nitrile-butyle et acétate polyvinyle mis en œuvre seuls ou en mélange, avec du polypolyéthylène  
35 et/ou du propylène semi-cristallin.
17. Procédé de fabrication selon la revendication 16, caractérisé en ce que la fraction élastomérique est



choisie dans le groupe des polypropylènes (homopolymères) avec des blocs amorphes et semi-cristallins, des copolymères de propylène/éthylène ou alpha-oléfine avec des blocs amorphes et semi-cristallins.

18. Procédé de fabrication selon l'une et l'autre des revendications 16 et 17, caractérisé en ce que la fraction élastomérique est partiellement ou complètement réticulée.
19. Procédé de fabrication selon l'une au moins des revendications 1 à 18, caractérisé en ce que les couches contiguës "B"- "B" sont utilisées pour recycler les déchets des matériaux multicouches récupérés dans le procédé, avant étirage, après étirage, ou après assemblage du film.
20. Procédé de fabrication selon la revendication 19, caractérisé en ce que la quantité des déchets de matériaux multicouches recyclés dans les couches contiguës "B"- "B" varie de 0 à 50 % en poids, et préférentiellement de 0 et 25 % en poids, par rapport à ladite couche.
21. Procédé de fabrication selon l'une au moins des revendications 2 à 20, caractérisé en ce que la couche de peau "A" microporeuse est formée d'au moins un copolymère polaire à base d'éthylène et/ou de polymère polyoléfinique greffé.
22. Procédé de fabrication selon la revendication 21, caractérisé en ce que le copolymère éthylénique polaire mis en œuvre dans la réalisation de la couche "A" est composé d'éthylène et d'au moins un comonomère à caractère polaire choisi dans le groupe constitué par la famille des esters vinyliques, par la famille des acides et des esters acryliques et méthacryliques.

23. Procédé de fabrication selon l'une ou l'autre des revendications 21 et 22, caractérisé en ce que le copolymère éthylénique polaire comporte au moins un comonomère préférentiellement choisi dans le groupe constitué par l'acétate de vinyle, le propionate de vinyle, l'acide acrylique, l'acide méthacrylique, l'acrylate de méthyle, l'acrylate d'éthyle, l'acrylate de n-propyle, l'acrylate d'isopropyle, l'acrylate de n-butyle, l'acrylate de t-butyle, l'acrylate d'isobutyle, le méthacrylate de méthyle, le méthacrylate d'éthyle, le méthacrylate de n-propyle, le méthacrylate d'isopropyle, le méthacrylate de n-butyle, le méthacrylate de t-butyle, le méthacrylate d'isobutyle.
24. Procédé de fabrication selon l'une au moins des revendications 21 à 23, caractérisé en ce que les copolymères d'éthylène et d'au moins un comonomère polaire sont formés d'au plus 30 % en poids de comonomère.
25. Procédé de fabrication selon l'une au moins des revendications 21 à 24, caractérisé en ce que les polymères polyoléfiniques sont greffés, au moyen d'acide acrylique, d'acide méthacrylique, d'anhydride maléïc, d'acrylates et méthacrylates d'alkyle dans lesquels l'alkyle est une chaîne hydrocarbonée de C1 à C8.
26. Procédé de fabrication selon l'une au moins des revendications 2 à 25, caractérisé en ce que les homopolymères et/ou copolymères polyoléfiniques de la couche de peau/d'adhésion "C" sont choisis dans le groupe qui comprend des polyéthylènes, et de préférence des polyéthylènes linéaires à basse densité et/ou des polypropylènes et/ou des copolymères d'éthylène-propylène et d'éthylène et d'alpha oléfine.

27. Procédé de fabrication selon la revendication 26, caractérisé en ce que les composants polyoléfiniques homopolymères et/ou copolymères de la couche de  
5 peau/d'adhésion "C" sont choisis dans le groupe formé par des polyéthylènes linéaires à basse densité, de densité comprise entre 0,880 et 0,940, des copolymères d'éthylène et de comonomères alpha-oléfiniques en C4 à C10, des polyéthylènes de densité comprise entre 0,915  
10 et 0,965, et de préférence entre 0,915 et 0,935, des polypropylènes et des copolymères de propylène et d'éthylène choisis de préférence parmi les copolymères bloc aléatoires.
- 15 28. Procédé de fabrication selon l'une au moins des revendications 2 à 27, caractérisé en ce que, selon l'invention, l'agent adhésif/liant présent dans la couche de peau/d'adhésion "C" est choisi dans le groupe des copolymères d'éthylène et de comonomères polaires ou non polaires, des copolymères de propylène  
20 et de comonomères polaires ou non polaires et/ou des homopolymères ou copolymères, à base d'éthylène ou de propylène greffés.
- 25 29. Procédé de fabrication selon la revendication 28, caractérisé en ce que les copolymères polaires sont choisis parmi ceux intervenant dans la couche de peau "A".
- 30 30. Procédé de fabrication selon la revendication 28, caractérisé en ce que les copolymères non polaires sont choisis dans le groupe constitué par des élastomères entrant dans la composition des couches  
35 contiguës "B"- "B".
31. Procédé de fabrication selon l'une au moins des revendications 2 à 30, caractérisé en ce que l'agent adhésif/liant de la couche de peau/d'adhésion "C"

35. Procédé de fabrication selon l'une au moins des revendications 1 à 34, caractérisé en ce que le film précurseur multicouche est obtenu par coextrusion à travers une filière plate d'un film coulé (cast film), à une température comprise entre 200°C et 250°C, suivi d'un refroidissement, par l'intermédiaire d'un rouleau approprié, à une température comprise entre 15°C et 60°C.
36. Procédé de fabrication selon l'une au moins des revendications 1 à 34, caractérisé en ce que le film précurseur multicouche est obtenu par coextrusion à travers une filière annulaire d'un film soufflé (blown cast) à une température comprise entre 150°C et 240°C, suivi d'un refroidissement dans une chaîne réglée entre 10 et 80 cm de la surface de la filière et un rapport de soufflage compris entre 1,5 et 4,0.
37. Procédé de fabrication selon l'une au moins des revendications 1 à 36, caractérisé en ce que les matériaux polymères, les charges et les composés intervenant dans la fabrication des diverses couches du film précurseur multicouche sont soumises à un séchage préalable à l'extrusion.
38. Procédé de fabrication selon l'une au moins des revendications 1 à 37, caractérisé en ce que les matières volatiles, l'humidité et l'air inclus dans les matériaux intervenant dans la fabrication des diverses couches du film précurseur multicouche sont éliminés par dégazage au cours de l'extrusion.
39. Procédé de fabrication selon l'une au moins des revendications 1 à 38, caractérisé en ce que le film précurseur multicouche est étiré selon le sens de la machine, en une ou plusieurs étapes, à une température comprise entre 20°C et 95°C et un rapport d'étirage

(mesuré entre l'entrée et la sortie de la zone d'étirage) compris entre 1:1,5 et 1:6.

40. Procédé de fabrication selon l'une au moins des  
5 revendications 1 à 39, caractérisé en ce que le film multicouche microporeux sortant de l'étirage est soumis à une étape de gaufrage, à une température comprise entre 35°C et 100°C.
- 10 41. Procédé de fabrication selon l'une au moins des revendications 1 à 40, caractérisé en ce que le film multicouche microporeux sortant de l'étirage est soumis à une étape de stabilisation thermique, à une  
15 température comprise entre 30°C et 120°C.
42. Film multicouche microporeux respirable obtenu par la mise en œuvre du procédé selon l'une au moins des revendications 1 à 41, caractérisé en ce que son  
20 épaisseur est au plus de 40 microns et de préférence au plus de 25 microns, pour les applications aux produits d'hygiène.
43. Film multicouche microporeux obtenu par la mise en œuvre du procédé selon l'une au moins des  
25 revendications 1 à 41, caractérisé en ce que son épaisseur est comprise entre 40 et 100 microns, pour les applications autres que les produits d'hygiène.
44. Film multicouche microporeux respirable selon l'une ou  
30 l'autre des revendications 42 ou 43, caractérisé en ce qu'il détient une vitesse de transmission de la vapeur d'eau d'au moins 500 g/m<sup>2</sup>/24 heures (à 38°C, 90 % d'humidité relative) et de préférence entre 2000 et  
5000 g/m<sup>2</sup>/24 heures (à 38°C, 90 % d'humidité relative).  
35 sans perdre son imperméabilité aux liquides.
45. Film multicouche microporeux respirable selon l'une au moins des revendications 42 à 44, caractérisé en ce

qu'il est assemblé par laminage avec un tissu non tissé.

46. Utilisation du film multicouche microporeux respirable
- 5     selon l'une des revendications 42 à 45 en tant que film
- arrière d'une couche pour enfants, adultes incontinents
- et d'articles jetables d'hygiène, bâtiments ou bien.
- après assemblage avec un non tissé par laminage, en
- tant que produit laminé d'une couche pour enfants.
- 10    adultes incontinents et d'articles jetables d'hygiène.
- vêtements jetables.

entre dans la composition de ladite couche à raison de 2 % à 20 % et de préférence de 5 % à 15 % en poids.

32. Procédé de fabrication selon l'une au moins des  
5 revendications 2 à 30, caractérisé en ce que la couche de peau/d'adhésion "C" comprend de 30 à 80 % en poids et de préférence de 45 % à 55 % en poids de charges particulières.

10 33. Procédé de fabrication selon l'une au moins des revendications 1 à 32, caractérisé en ce que les charges particulières mises en œuvre dans les couches contiguës "B"- "B" et de peau/d'adhésion "C" sont  
15 d'origine inorganique et organique choisies dans le groupe constitué par les poudres de polyéthylènes, polyamides, polyesters, polyuréthanes de haute densité et de poids moléculaire élevé, le carbonate de baryum ;  
le carbonate de calcium ; le carbonate de magnésium ;  
20 le sulfate de magnésium ; le sulfate de baryum ; le sulfate de calcium, l'hydroxyde d'aluminium ;  
l'hydroxyde de magnésium, l'oxyde de calcium ; l'oxyde de magnésium ; l'oxyde de titane ; le dioxyde de titane et l'oxyde de zinc, l'argile, le kaolin, le talc,  
25 la silice, la terre à diatomées, les poudres de verre, de mica, d'aluminium et les zéolites, et préférentiellement le carbonate de calcium, le sulfate de baryum, la silice, l'alumine, le kaolin et le talc.

34. Procédé de fabrication selon l'une au moins des  
30 revendications 1 à 33, caractérisé en ce que les charges particulières mises en œuvre dans les couches contiguës "B"- "B" et de peau/d'adhésion "C" ont un diamètre moyen, pour les couches contiguës "B"- "B" choisi entre 0,5 et 5 microns, et de préférence entre  
35 0,8 et 2,2 microns et pour la couche de peau/d'adhésion "C" choisi entre 0,2 et 3 microns, et de préférence entre 0,8 et 1,5 microns.

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/FR 01/01351

**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**  
IPC 7 B32B27/20 B32B5/18

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
IPC 7 B32B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 98 58799 A (KIMBERLY CLARK CO) 30 December 1998 (1998-12-30)	1,3-5, 7-9,12, 15,16, 21-23, 42,44-46 24,33,34
A	claims 1-3,5-12,17-22; figures 1-3; examples	
X		2
X	WO 99 29499 A (BOICH HEINZ HORST ;CORONOR COMPOSITES GMBH (DE)) 17 June 1999 (1999-06-17)	1,3,5-8, 12,42, 45,46 9,28,44 2
A	claims 1,2,4-12; figures 1-4	
X		
	---	
	--- -/--	

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

### \* Special categories of cited documents :

- \*A\* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- \*E\* earlier document but published on or after the international filing date
- \*L\* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- \*O\* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- \*P\* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- \*T\* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- \*X\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- \*Y\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- \*G\* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

2 August 2001

Date of mailing of the international search report

20/08/2001

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Derz, T



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Int. l. Application No

PCT/FR 01/01351

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 4 728 478 A (SACKS WILLIAM ET AL) 1 March 1988 (1988-03-01)	1,3-5,8, 9,14,15, 34,36,42
X	column 2, line 36 -column 4, line 16; claims 1,5,7,14,16,18 ---	2
X	DATABASE WPI Section Ch, Week 199551 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A18, AN 1995-401078 XP002157905 & JP 07 278329 A (MARUZEN POLYMER KK), 24 October 1995 (1995-10-24) abstract ---	1,42
X	WO 97 04955 A (BLESSINGS CORP) 13 February 1997 (1997-02-13)	1,3, 8-10,19, 38,42, 43,46
Y	claims 1,3,5,10,22,24,25,30,31 ---	8-10,14, 15
X	US 4 829 096 A (KITAMURA SHUJI ET AL) 9 May 1989 (1989-05-09) cited in the application	1,42,43, 46
Y	claims -----	8-10,14, 15

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/FR 01/01351

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 9858799 A	30-12-1998	AU 8059798 A	04-01-1999
WO 9929499 A	17-06-1999	DE 19754251 A	17-06-1999
		EP 1034075 A	13-09-2000
US 4728478 A	01-03-1988	US 4528235 A	09-07-1985
		US 4618528 A	21-10-1986
JP 7278329 A	24-10-1995	NONE	
WO 9704955 A	13-02-1997	AU 706767 B	24-06-1999
		AU 6682896 A	26-02-1997
		BR 9609843 A	02-03-1999
		CA 2225392 A	13-02-1997
		CN 1197425 A	28-10-1998
		EP 0848663 A	24-06-1998
		PL 324798 A	22-06-1998
		US 6114024 A	05-09-2000
US 4829096 A	09-05-1989	CN 87104852 A, B	10-02-1988
		DE 3779199 A	25-06-1992
		EP 0253667 A	20-01-1988
		KR 9502889 B	28-03-1995
		JP 1975858 C	27-09-1995
		JP 6104733 B	21-12-1994
		JP 63139925 A	11-06-1988

## RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

De Je internationale No

PCT/FR 01/01351

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE  
CIB 7 B32B27/20 B32B5/18

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

## B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 7 B32B

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

EPO-Internal, WPI Data

## C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	WO 98 58799 A (KIMBERLY CLARK CO) 30 décembre 1998 (1998-12-30)	1, 3-5, 7-9, 12, 15, 16, 21-23, 42, 44-46 24, 33, 34
A	revendications 1-3, 5-12, 17-22; figures 1-3; exemples	
X	---	2
X	WO 99 29499 A (BOICH HEINZ HORST ; CORONOR COMPOSITES GMBH (DE)) 17 juin 1999 (1999-06-17)	1, 3, 5-8, 12, 42, 45, 46 9, 28, 44
A	revendications 1, 2, 4-12; figures 1-4	2
X	---	
	-/--	

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

## \* Catégories spéciales de documents cités:

- \*A\* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- \*E\* document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- \*L\* document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- \*O\* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- \*P\* document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

- \*T\* document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention
- \*X\* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
- \*Y\* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
- \*Z\* document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

2 août 2001

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

20/08/2001

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Derz, T

## RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

De: Je Internationale No

PCT/FR 01/01351

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	US 4 728 478 A (SACKS WILLIAM ET AL) 1 mars 1988 (1988-03-01)	1,3-5,8, 9,14,15, 34,36,42
X	colonne 2, ligne 36 -colonne 4, ligne 16; revendications 1,5,7,14,16,18 ---	2
X	DATABASE WPI Section Ch, Week 199551 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A18, AN 1995-401078 XP002157905 & JP 07 278329 A (MARUZEN POLYMER KK), 24 octobre 1995 (1995-10-24) abrégé ---	1,42
X	WO 97 04955 A (BLESSINGS CORP) 13 février 1997 (1997-02-13)	1,3, 8-10,19, 38,42, 43,46
Y	revendications 1,3,5,10,22,24,25,30,31 ---	8-10,14, 15
X	US 4 829 096 A (KITAMURA SHUJI ET AL) 9 mai 1989 (1989-05-09) cité dans la demande	1,42,43, 46
Y	revendications -----	8-10,14, 15

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

De: Je internationale No

PCT/FR 01/01351

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 9858799 A	30-12-1998	AU 8059798 A	04-01-1999
WO 9929499 A	17-06-1999	DE 19754251 A	17-06-1999
		EP 1034075 A	13-09-2000
US 4728478 A	01-03-1988	US 4528235 A	09-07-1985
		US 4618528 A	21-10-1986
JP 7278329 A	24-10-1995	AUCUN	
WO 9704955 A	13-02-1997	AU 706767 B	24-06-1999
		AU 6682896 A	26-02-1997
		BR 9609843 A	02-03-1999
		CA 2225392 A	13-02-1997
		CN 1197425 A	28-10-1998
		EP 0848663 A	24-06-1998
		PL 324798 A	22-06-1998
		US 6114024 A	05-09-2000
US 4829096 A	09-05-1989	CN 87104852 A,B	10-02-1988
		DE 3779199 A	25-06-1992
		EP 0253667 A	20-01-1988
		KR 9502889 B	28-03-1995
		JP 1975858 C	27-09-1995
		JP 6104733 B	21-12-1994
		JP 63139925 A	11-06-1988

